VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM

GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

REC'D	27	FEB	2006
WIPO			PCT

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

(Kapitel II des Vertrags über die internationale Zusammenarbeit auf dem Gebiet des Patentwesens)

Aktenzelchen des Anmelders oder Anwalts O.Z. 6269-WO	WEITERES VORGE	HEN s	slehe Formblatt PCT/IPEA/416			
Internationales Aktenzeichen PCT/EP2004/051854	Internationales Anmeldeda 20.08.2004	atum (Tag/Monat/Jahr)	Prioritätsdatum (TagMonatUahr) 10.10.2003			
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK						
C07C67/08, C07C69/78, C08K5/101						
Anmelder						
OXENO OLEFINCHEMIE GMBH						
 Bei diesem Bericht handelt es sich um den internationalen vorläufigen Pr üfungsbericht, der von der mit der internationalen vorläufigen Pr üfung beauftragten Beh örde nach Artikel 35 erstellt wurde und dem Anmelder gem äß Artikel 36 übermittelt wird. 						
2. Dieser BERICHT umfaßt insgesal						
			tter; dabei handelt es sich um			
zugrunde liegen, und/c	☐ Blätter mit der Beschreibung, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit Berichtigungen, denen die Behörde zugestimmt hat (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsvorschriften).					
Gründen nach Auffass	Blätter, die frühere Blätter ersetzen, die aber aus den in Feld Nr. 1, Punkt 4 und im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde eine Änderung enthalten, die über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgeht.					
 b. (nur an das Internationale Būro gesandt)i> insgesamt (bitte Art und Anzahl der/des elektronischen Datenträger(s) angeben), der/die ein Sequenzprotokoll und/oder die dazugehörigen Tabellen enthält/enthalten, nur in computerlesbarer Form, wie im Zusatzfeld betreffend das Sequenzprotokoll angegeben (siehe Abschnitt 802 der Verwaltungsvorschriften). 						
4. Dieser Bericht enthält Angaben z	u folgenden Punkten:					
☐ ☐ Feld Nr. I Grundlage des	Bescheids	•				
☐ Feld Nr. II Priorität						
	Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit					
☐ Feld Nr. V Begründete Fer und der gewert	Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Arikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung					
1 -	☐ Feld Nr. VI Bestimmte angeführte Unterlagen					
☐ Feld Nr. VIII Bestimmte Ben	☐ Feld Nr. VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung					
Datum der Einreichung des Antrags		Datum der Fertigstellung	g dieses Berichts			
09.05.2005		24.02.2006				
Name und Postanschrift der mit der Internationalen Prüfung		Bevollmächtigter Bediensteter				
beauftragten Behörde Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d		Lorenzo Varela, M.	J.			
Fax: +49 89 2399 - 4465		Tel. +49 89 2399-8239	To Bridge of the Control of the Cont			

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP2004/051854

_					
_	Feld Nr. I Gru	ındlage des Berichts			
1.	Hinsichtlich der eingereicht wurd	linsichtlich der Sprache beruht der Bericht auf der internationalen Anmeldung in der Sprache, in der sie ingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.			
	bei der es s	beruht auf einer Übersetzung aus der Originalsprache in die folgende Sprache, sich um die Sprache der Übersetzung handelt, die für folgenden Zweck eingereicht worden ist:			
	☐ Veröffer	onale Recherche (nach Regeln 12.3 und 23.1 b)) ntlichung der internationalen Anmeldung (nach Regel 12.4) onale vorläufige Prüfung (nach Regeln 55.2 und/oder 55.3)			
2.	Anmeldeamt au	Bestandteile* der internationalen Anmeldung beruht der Bericht auf (Ersatzblätter, die dem if eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als ngereicht" und sind ihm nicht beigefügt):			
	Beschreibung, Seiten				
	1-17	in der ursprünglich eingereichten Fassung			
	Ansprüche, Nr.				
	1-17	eingegangen am 27.09.2005 mit Schreiben vom 23.09.2005			
	☐ einem Sequ Sequenzprotoko	uenzprotokoll und/oder etwaigen dazugehörigen Tabellen - siehe Zusatzfeld betreffend das oli			
3.	☐ Aufgrund de	er Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:			
	☐ Ansprüc	he: Nr.			
	☐ Sequenz	ngen: Blatt/Abb. zprotokoli <i>(genaue Angaben)</i> :			
	□ etwaige	zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (genaue Angaben):			
4.	aufgelisteten An	cht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der diesem Bericht beigefügten und nachstehend derungen erstellt worden, da diese aus den im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen			
	☐ Sequenz				
		t 4 zutrifft, können einige oder alle dieser Blätter mit der Bemerkung			
	"lergetyt" wo	rachen worden			

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP2004/051854

Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Artikel 35 (2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung

Neuheit (N)

Ja: Ansprüche 1-14

Nein: Ansprüche 15-17

Erfinderische Tätigkeit (IS)

Ja: Ansprüche

Nein: Ansprüche 1-17 Gewerbliche Anwendbarkeit (IA) Ja: Ansprüche: 1-17

Nein: Ansprüche:

2. Unterlagen und Erklärungen (Regel 70.7):

siehe Beiblatt

Formblatt PCT/IPEA/409 (Januar 2004)

Zu Punkt V

Begründete Feststellung hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Im vorliegenden Bescheid wird auf folgende Dokumente verwiesen:

D1: US 5 898 077 A (TAKAHARA ICHIRO ET AL) 27. April 1999 (1999-04-27)

D2: US 2004/015007 A1 (GRASS ET AL.) 22. Januar 2004 (2004-01-22)

D3: WO 89/00173 A (VELSICOL CHEMICAL CORPORATION) 12. Januar 1989

- Die vorliegende Patentanmeldung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2. Benzoesäureestern, deren Alkoxygruppen von 7 bis 13 Kohlenstoffatome aufweisen, durch Umsetzung von Benzoesäure mit zumindest einem Alkohol, der von 7 bis 13 Kohlenstoffatome aufweist, wobei das entstehende Reaktionswasser während der Veresterungsreaktion durch Destillation mit dem im Überschuss eingesetzten Alkohol aus dem Reaktionsgemisch entfernt wird, und wobei der bei der Veresterungsreaktion nicht umgesetzte Alkohol nach der Veresterungsreaktion entfernt wird, dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in Gegenwart einer Zinn (II) Verbindung als Katalysator bei einer Temperatur von 160 bis 250°C erfolgt, und dass ohne eine Behandlung mit einer Base aus dem nach der Abtrennung des nicht umgesetzten Alkohols verbleibenden Reaktionsgemisch der Katalysator und/oder dessen zinnhaltige Folgeprodukte durch eine Filtration oder durch Zentrifugieren so weit abgetrennt werden, dass der Zinngehalt des Endproduktes (Filtrats) unter 1mg/Kg (ppm) liegt und dass als Alkohole Heptanole, 1-Octanol, 2-Octanol, 2-Ethylhexanol, Nonanole und/oder Tridecanole eingesetzt werden. Die Patentanmeldung betrifft auf manche Zusammensetzungen und ihre Verwendung in Farben, Lacken, Kelbstoffen oder Kelbstoffkomponenten oder als Viskositätserjiedriger und/oder Weichmacher für PVC.
- 3. D1 offenbart ein Verfahren zur Herstellung von Estern wie aromatischen Säureestern, deren Alkoxygruppen von 7 bis 12 oder 18 Kohlenstoffatome aufweisen, durch Umsetzung von Carbonsäuren mit Alkoholen, dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in Gegenwart einer Zink/Sn Verbindung als Katalysator bei einer Temperatur

von 120 bis 240°C erfolgt und dass ohne Behandlung mit einer Base der Katalysator und/oder dessen Folgeprodukte durch eine Filtration abgetrennt werden (siehe Zusammenfassung und Spalten 3-5).

- 4. D2 offenbart ein Verfahren zur Herstellung von iso-/Nonylbenzoaten, durch Umsetzung von Benzoesäure mit iso-/Nonanol dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in Gegenwart einer Zinn/Titan/Zirkonium Verbindung als Katalysator bei einer Temperatur von 160 bis 270°C erfolgt. Die Verwendung von iso-Nonylbenzoaten aufweisenden Zusammensetzungen in Farben, Lacken, Klebstoffen oder Klebstoffkomponenten oder als Viskositätserniedriger und/oder Weichmacher für PVC ist offenbart.
- 5. D3 offenbart ein Verfahren zur Herstellung von Benzoesäureestern, deren Alkoxygruppen von 10 bis 12 Kohlenstoffatome aufweisen, durch Umsetzung von Carbonsäuren mit Alkoholen dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in Gegenwart einer Zinn, Aluminium, Titan oder Zirkonium Verbindung erfolgt. Die Verwendung von Benzoesäureestern aufweisenden Zusammensetzungen in Farben, Lacken, Klebstoffen oder Klebstoffkomponenten oder als Viskositätserniedriger und/oder Weichmacher für PVC ist offenbart (siehe Zusammenfassung, Seiten 2 und 3 und die Beispiele).

Neuheit

Der Gegenstand der Ansprüche 1-14 ist im Sinne von Artikel 33(2) PCT neu. Ein 6. Verfahren zur Herstellung von Benzoesäureestern, deren Alkoxygruppen von 7 bis 13 Kohlenstoffatome aufweisen, durch Umsetzung von Benzoesäure mit zumindest einem Alkohol, der von 7 bis 13 Kohlenstoffatome aufweist, wobei das entstehende Reaktionswasser während der Veresterungsreaktion durch Destillation mit dem im Überschuss eingesetzten Alkohol aus dem Reaktionsgemisch entfernt wird, und wobei der Veresterungsreaktion nicht umgesetzte Alkohol nach der Veresterungsreaktion entfernt wird, dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in Gegenwart einer Zinn (II) Verbindung als Katalysator bei einer Temperatur von 160 bis 250°C erfolgt, und dass ohne eine Behandlung mit einer Base aus dem nach der Abtrennung des nicht umgesetzten Alkohols verbleibenden Reaktionsgemisch der Katalysator und/oder dessen zinnhaltige Folgeprodukte durch eine Filtration oder durch

Zentrifugieren so weit abgetrennt werden, dass der Zinngehalt des Endproduktes (Filtrats) unter 1mg/Kg (ppm) liegt, wurde im Stand der Technik nicht offenbart.

7. Der Gegenstand der Ansprüche 15-17 ist im Sinne von Artikel 33(2) PCT nicht neu.

D3 offenbart Benzoesäureester aufweisende Zusammensetzungen gemäß den Ansprüchen 16-18 der vorliegenden Anmeldung und die Verwendung von Benzoesäureestern aufweisende Zusammensetzungen in Farben, Lacken, Klebstoffen oder Klebstoffkomponenten oder als Viskositätserniedriger und/oder Weichmacher für PVC. Der Gegenstand der Ansprüche 15-17 ist daher nicht neu.

Ein Stoffanspruch sowie eine Verwendung werden nicht dadurch neu, dass die Verbindung durch ein gegenüber dem Stand der Technik evtl. geändertes Verfahren hergestellt worden ist. Die Neuheit eines Stoffes ist nicht von einem bestimmten Reinheitsgrad abhängig.

Erfinderische Tätigkeit

- 8. Der Gegenstand der Ansprüche 1-14 beruht auf keiner erfinderischen Tätigkeit im Sinne von Artikel 33(3) PCT.
- a. D3, das als n\u00e4chstliegender Stand der Technik angesehen wird offenbart ein Verfahren zur Herstellung von Benzoes\u00e4ureestem, deren Alkoxygruppen von 10 bis 12 Kohlenstoffatome aufweisen, durch Umsetzung von Carbons\u00e4uren mit Alkoholen dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in Gegenwart einer Zinn, Aluminium, Titan oder Zirkonium Verbindung erfolg. Die Entfernung von Wasser und Alkohol aus dem Reaktionsgemisch durch Destillation ist aus D3 bekannt (siehe die Bespiele).
- b. D1 offenbart ein Verfahren zur Herstellung von Estern wie aromatischen Säureestern, deren Alkoxygruppen von 7 bis 12 der 18 Kohlenstoffatome aufweisen, durch Umsetzung von Carbonsäuren mit Alkoholen dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung in Gegenwart einer Zink/Sn Verbindung als Katalysator bei einer Temperatur von 120 bis 240°C erfolgt, und dass ohne Behandlung mit einer Base der Katalysator und/oder dessen Folgeprodukte durch eine Filtration abgetrennt werden. <u>D1 offenbart</u>

- (1) die einfache Abtrennung des Katalysators durch Filtration, (2) den Verzicht auf die Zugabe einer Base bei der Abtrennung von dem überschüssigen Alkohol und dem Katalysator und (3) die hohe Reinheit des aromatischen Säureestern, wenn man Zinn-Verbindungen als Katalysator einsetzt.
- c. Das beanspruchte Verfahren gemäß der Ansprüche 1-15 unterscheidet sich von den aus D3 bekannten Verfahren durch die einfache Abtrennung des Katalysators durch Filtration und (2) den Verzicht auf die Zugabe einer Base bei der Abtrennung von dem überschüssigen Alkohol und dem Katalysator und diese Merkmale sind aus D1 bekannt. Daher würde es der Fachmann als übliche Vorgehensweise ansehen, die aus D1 und D3 aufgeführten Merkmale miteinander zu kombinieren und auf diese Weise zu dem Verfahren gemäß den Ansprüchen 1-14 zu gelangen. Eine erfinderische Tätigkeit kann daher nicht anerkannt werden.

Zu beachtende Punkte

- 9. Dokument D2 könnte beim Eintritt in die regionalen Phase, wie Beispielsweise beim EPA, zu Beanstandungen führen.
- 10. Die Merkmale, die im Anspruch 1 notwendig sind, werden in der Beschreibung als möglich aber nicht notwendig definiert. Dieser Widerspruch zwischen den Ansprüchen und der Beschreibung führt zu Zweifeln bezüglich des Gegenstandes des Schutzbegehrens, weshalb die Ansprüche nicht klar sind (Artikel 6 PCT).
- 11. Die Ansprüche 1 und 7-10 entsprechen nicht den Erfordernissen des Artikels 6 PCT, weil der Gegenstand des Schutzbegehrens wegen der Anwendung von Klammern nicht klar definiert ist.
- 12. Im Widerspruch zu den Erfordemissen der Regel 5.1 a) ii) PCT werden in der Beschreibung weder der in den Dokumenten D1-D3 offenbarte einschlägige Stand der Technik noch diese Dokumente angegeben.
- 13. Die Beschreibung wurde nicht an die Ansprüche angepasst.

5

18

Patentansprüche:

- 1. Verfahren zur Herstellung von Benzoesäureestern, deren Alkoxygruppen von 7 bis 13 Kohlenstoffatome aufweisen, durch Umsetzung von Benzoesäure mit zumindest einem Alkohol, der von 7 bis 13 Kohlenstoffatome aufweist, wobei das entstehende Reaktionswasser während der Veresterungsreaktion durch Destillation mit dem im Überschuss eingesetzten Alkohol aus dem Reaktionsgemisch entfernt wird und der bei der Veresterungsreaktion nicht umgesetzte Alkohol nach der Veresterungsreaktion entfernt wird,
- dass die Umsetzung in Gegenwart einer Zinn (II) Verbindung als Katalysator bei einer Temperatur von 160 bis 250 °C erfolgt und dass ohne eine Behandlung mit einer Base aus dem nach der Abtrennung des nicht umgesetzten Alkohols verbleibenden Reaktionsgemisch der Katalysator und/oder dessen zinnhaltige Folgeprodukte durch eine Filtration oder durch Zentrifugieren so weit abgetrennt wird, dass der Zinngehalt des Endproduktes (Filtrats) unter 1 mg/kg (ppm) liegt und dass als Alkohole Heptanole, 1-Octanol, 2-Octanol, 2-Ethylhexanol, Nonanole und/oder Tridecanole eingesetzt werden.
- Verfahren nach Anspruch 1,
 dadurch gekennzeichnet,
 dass ein Gemisch von Alkoholen mit gleicher oder unterschiedlicher Anzahl an Kohlenstoffatomen eingesetzt wird.
- Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
 dadurch gekennzeichnet,
 dass der nicht umgesetzte Alkohol durch Strippen, Destillation oder
 Wasserdampfdestillation oder durch eine Kombination von zwei oder mehr dieser
 Verfahren entfernt wird.
- 4. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der nicht umgesetzte Alkohol nach der Veresterungsreaktion durch eine

Ľ١

5

15

19

Vakuumdestillation und eine anschließende Strippung mit Wasserdampf oder Stickstoff abgetrennt wird.

- 5. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Abtrennung des Katalysators bei einer Temperatur unterhalb von 160 °C erfolgt.
- 6. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet,
- dass aus dem Reaktionsgemisch nach Abtrennung des Alkohols der Katalysator bzw. dessen Folgeprodukt(e) ohne Basenbehandlung durch Filtration bei Temperaturen unter 130 °C abgetrennt wird/werden.
 - 7. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 6,
 dadurch gekennzeichnet,
 dass die während der Veresterung durch (azeotrope) Destillation aus dem
 Reaktionsgemisch entfernte Flüssigkeitsmenge vollständig oder teilweise mit dem
 Einsatzalkohol oder Einsatzalkoholgemisch ergänzt wird.
- 8. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die während der Veresterung durch (azeotrope) Destillation aus dem Reaktionsgemisch entfernte Flüssigkeitsmenge teilweise zurück geführt wird, indem die abgetrennte Flüssigkeit in eine Wasserphase und eine organische Phase getrennt wird und die organische Phase in die Veresterungsreaktion zurückgeführt wird.
 - 9. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 6,
 dadurch gekennzeichnet,
 dass die während der Veresterung durch (azeotrope) Destillation aus dem
 Reaktionsgemisch abgetrennte Flüssigkeitsmenge vollständig oder teilweise ergänzt wird,
 indem die abgetrennte Flüssigkeit in eine Wasserphase und eine organische Phase getrennt
 wird und die organische Phase, zusätzlich mit frischem Alkohol versetzt, in die

30

10

Veresterungsreaktion zurückgeführt wird.

- 10. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet,
- dass die während der Veresterung durch die (azeotrope) Destillation aus der Reaktion entfernte Flüssigkeitsmenge durch frischen Alkohol vollständig oder teilweise wieder ergänzt wird.
 - 11. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass als Katalysator Zinn (II)salze von Mono- oder Dicarbonsäuren eingesetzt werden.
 - 12. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet,
- dass zu Beginn der Reaktion ein molares Verhältnis von Zinn zu Benzoesäure von 10⁻⁵ zu 1 bis 10⁻³ zu 1 eingestellt wird.
 - Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet,
- dass als Filter eine polymere oder keramische Membran, Verbundmembran oder ein Papierfilter eingesetzt wird.
 - 14. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet,
- dass die Benzoesäure bis zu einer Säurezahl von < 0,1 mg KOH/g, bestimmt nach DIN EN ISO 2114, verestert wird.
 - 15. Benzoesäureester aufweisende Zusammensetzung, die Isononylbenzoat aufweist, erhältlich durch ein Verfahren gemäß zumindest einem der Ansprüche 1 bis 14.
 - 16. Zusammensetzung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass der Zinngehalt des Produktes unter 1 mg/kg liegt.

21

17. Verwendung der Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 15 oder 16 in Farben, Lacken, Klebstoffen oder Klebstoffkomponenten oder als Viskositätserniedriger und/oder Weichmacher für PVC.